

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

⑨ Int. Cl²

A 01 N 9/14
A 01 N 9/20
A 01 N 9/24
C 07 C 143/68
C 07 C 69/02
C 07 C 79/22
C 07 C 31/14

⑩ 日本分類

30 F 371.212
30 F 352
30 F 332.1
30 F 36
30 F 922
30 F 932
16 C 46
16 C 711

⑪ 日本国特許庁

特 許 公 報

庁内整理番号 6977-49

⑫ 特許出願公告

昭51-3767

⑬ 公告 昭和51年(1976)2月5日

発明の数 2

(全 9 頁)

1

⑭ 新規なハロゲン化合物の製造法

⑮ 特 願 昭45-2214

⑯ 出 願 昭45(1970)1月7日

優先権主張 ⑰ 1969年1月7日 ⑱ フランス 5
国 ⑲ 6900090

⑳ 発 明 者 ダニエル・ベルタン

フランス国モンルージュ92リュ・
バルベ30

同 ジャック・ペロネ

フランス国パリ市6区75ブルバ
ール・ラスパージュ87

同 アンドレ・テシュ

フランス国パリ市13区75リュ・
ジャンヌ・ダルク48

㉑ 出 願 人 ルセル・ユクラフ

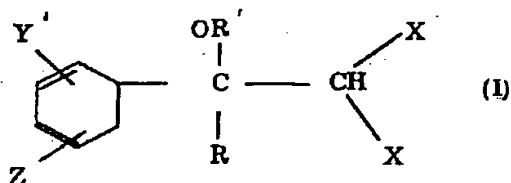
フランス国パリ市7区ブルバール
デ・ザンバリット35

㉒ 代 理 人 弁理士 倉内基弘

発明の詳細な説明

本発明は、新規なハロゲン化合物の製造法を
目的とする。

さらに詳しくは、本発明は、次の一般式 I



この式で、Rは低級アルキル基又は低級アルキ
ニル基を表わし、

Xは塩素原子を表わし、

Zは塩素原子及び臭素原子よりなる群から選択
され、

Yは水素原子、塩素原子、臭素原子、低級アル
キル基及びニトロ基よりなる群から選択され、

2

R¹は水素原子、低級アルキルカルボニル基及び
非置換の又は低級アルキル基で置換されたフェニ
ルスルホニル基よりなる群から選択される)

上で使用した用語「低級アルキル」は、好まし
くは1~4個の炭素原子を有するアルキル基、例
えばメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、
n-ブチル又はt-ブチルを示す。「低級アルキ
ニル」は、好ましくはエチニルを示す。

化合物 I は、特に農薬分野で有害植物及び昆虫
10 を防除するのに使用せしめる顕著な農薬活性、特
に除草活性及び殺虫活性を有する。

化合物 I の中でも、特に次の化合物を例挙する
ことができる。

2-(2,5-ジクロルフエニル)-3,3-
ジクロルプロパン-2-オール

2-(p-クロルフエニル)-3,3-ジクロ
ルプロパン-2-オール

2-(p-ブロムフェニル)-3,3-ジクロ
ルプロパン-2-オール

20 2-(o-ブロムフェニル)-3,3-ジクロ
ルプロパン-2-オール

2-(2,4-ジクロルフエニル)-3,3-
ジクロルプロパン-2-オール

3-(p-クロルフエニル)-4,4-ジクロ
ル-1-ブチン-3-オール

3-(2,4-ジクロルフエニル)-4,4-
ジクロル-1-ブチン-3-オール

2-(2-クロル-5-メチルフエニル)-3,
3-ジクロルプロパン-2-オール

30 2-(2-メチル-5-クロルフエニル)-3,
3-ジクロルプロパン-2-オール

2-(3-ニトロ-4-クロルフエニル)-3,
3-ジクロルプロパン-2-オール

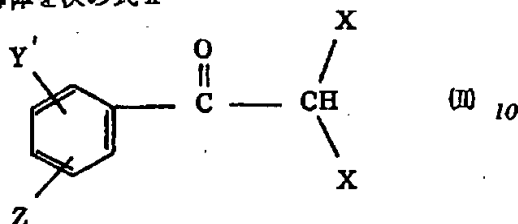
2-(p-クロルフエニル)-3,3-ジクロ
ルプロパン-2-オール・アセタート

2-(2,5-ジクロルフエニル)-3,3-
ジクロルプロパン-2-オール・アセタート

3

ト
2-(2,5-ジクロルフエニル)-3,3-
ジクロルプロパン-2-オール・トラシー
ト

本発明の目的である化合物 I の製造法は、飽和 5
又は不飽和の低級アルキル基 (R) を有する有機
金属誘導体を次の式 II



(この式で、X, Y'及びZは前記の意味を有する)
の置換 2, 2-ジハロゲノアセトフェノンに反応 15
させて対応する 1-フェニル-1-R-2, 2-
ジハロゲノエタノールを得、必要ならば、この化
合物に、アルカリ性試剤によつてアルコール官能
基のアルカリ金属アルコラートへの可能な変換を
行なつた後、エステル化剤を作用させ、対応する 20
所望のエステルを分離することを本質的に特徴と
する。

本発明の方法は、さらに次の点によつて特徴づ
けることができる。

1. 飽和又は不飽和の低級アルキル基 (R) を有す 25
る有機金属誘導体は、好ましくは、RMg ハロ
ゲン化物、例えば RMg 臭化物若しくはよう化
物である。
2. 有機金属誘導体とケトンとの縮合は、好ましく
は、エチルエーテル又はテトラヒドロフランの 30
ようなエーテル中で行なわれる。
3. グリニヤール縮合後に得られる金属錯体の分解
は、水又は塩化アンモニウム溶液によつて通常
の方法に従つて行なわれる。
4. エステル化剤は、ベンゼンスルホン酸ハロゲン 35
化物、低級アルキルベンゼンスルホン酸ハロゲ
ン化物、低級脂肪酸及びこの酸の官能性誘導体
(例えば無水物、混成無水物、ハロゲン化物又
は金属塩) からなる群より選択される。
5. 低級脂肪酸、またはこの酸の官能性誘導体によ 40
るエステル化は、p-トルエンスルホン酸のよ
うな脱水剤の存在下に有利に行なわれる。
6. ベンゼン又は低級アルキルベンゼンスルホン酸
ハロゲン化物によるエステル化は、好ましくは、

4

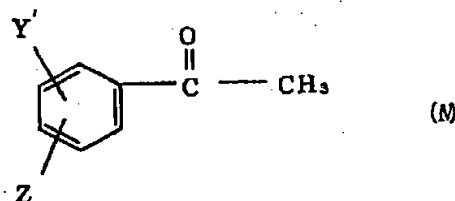
アルカリ金属 (例えばナトリウム又はカリウム)
アルコラート官能基に対して行なわれる。

式 II の出発生成物、2, 2-ジハロゲノアセト
フェノンは、フリーデル・クラフツ反応に従つて、
ジハロゲノアセチルクロリド
 ClCOCHX_2 と次の式 III



(ここで、X, Y'及びZは前記の意味を有する)
の芳香族誘導体とを反応させることによつて製造
することができる。

同様に、式 II の 2, 2-ジハロゲノアセトフェ
ノンは次の式 IV



(ここで、X, Y'及びZは前記の意味を有する)
のアセトフェノンの置換誘導体にハロゲン X を作
用させることによつて製造することができ、そし
て前記ケトン (IV) 自体は、フリーデル・クラフ
ツ反応に従つて、特に III の芳香族誘導体にアセチ
ルクロリド反応させることによつて得ることがで
きる。

2, 2-ジハロゲノアセトフェノンの製造例は、
ベルギー国特許第 717,863 号に見られる。

このような製造の 2 つの例は実験の部でさらに
例示する。

また、一般式 I に相当する特定の化合物、2-
(3-ニトロ-4-クロルフエニル)-3, 3-
ジクロルプロパン-2-オールは、次の方法によ
つても得ることができる。

2-(p-クロルフエニル)-3, 3-ジクロ
ルプロパン-2-オール、アセタートにニトロ化
剤を作用させ、所望生成物を分離する。

同様にして、本発明は、活性物質として 1 種又
数種の一般式 I の化合物を含有する農薬組成物、
特に除草性及び (又は) 殺虫性組成物に係る。こ

5

これらの組成物は、例えば、その組成物の物質の均一な分散を期す（他のこともするが）ためのビヒクル及び（又は）陰イオン性、陽イオン性若しくは非イオン性表面活性剤とともに、混合物として活性成分を含有する粉剤、顆粒剤、懸濁液、乳剤、5 溶液の形とすることができる。使用されるビヒクルは、水、アルコール、炭化水素又は他の有機溶媒、鉱物油、動物油又は植物油のような液体、或いはタルク、粘土、けい酸塩、けいそう土のような粉末とすることができる。

散布用、粉剤、水和剤又は 粒剤の形をとる固形組成物は、活性化合物を不活性固形物質とともに粉砕することによつて、又は活性成分の溶媒溶液でもつて固形担体を含浸せしめ、次いで乾燥させることによつて製造することができる。

ビヒクル又は表面活性剤に加えて、これらの組成物は、活性成分として1種又は数種の式Iの化合物を含有し、さらにはその他の農業、すなわち除草剤及び（又は）殺菌剤、殺生物剤、殺虫剤等そして植物の成長に影響を与える性質を有する物質も含有することができる。

本発明の組成物は、もちろんそれらの農業活性、特に除草活性及び（又は）殺虫活性を発揮するのに十分な薬量で施用される。組成物中の活性物質の薬量は、特に防除すべき植物及び（又は）昆虫、25 土壌の性質並びに雰囲気の状態の関数として変わる。

次の例は本発明を例示するものであるが、しかし本発明を限定するものではない。

製造例 1

2', 5'-ジクロル-2, 2-ジクロルアセトフエノン

400gのp-ジクロルベンゼンと600gの塩化アルミニウムとの混合物を85℃に加熱し、除々にその中へ588gのジクロルアセチルクロリドを加え、その反応媒体の温度を+110℃となし、この温度を4時間保つ。この反応溶液を水、氷及び塩酸の混合物中に注ぎ、その水性酸性相をエチルエーテルで抽出し、溶媒を蒸留して除去し、その残留物を再蒸留し、355gの2', 5'-ジクロル-2, 2-ジクロルアセトフエノンを得る。

bp=137℃/3mmHg。

この化合物は、ステパノフによりZhur. Org. Khim., 2(5), 934(1966)に記載され

6

ている。

製造例 2

p-及びo-ブロム-2, 2-ジクロルアセトフエノン

78.5gのブロムベンゼンと73gの塩化アルミニウムとの混合物中に74gのジクロルアセチルクロリドを30分間で導入する。次いで、この混合物を100℃で2時間加熱し、次いで冷却後それを水、氷及び塩酸の混合物中に注ぎ、その水性酸性相を塩化メチレンで抽出し、溶媒を蒸留して除去し、その残留物を再蒸留し、p-ブロム-2, 2-ジクロルアセトフエノンとo-ブロム-2, 2-ジクロルアセトフエノンとの混合物94gを得る。bp=103~104℃/0.3mmHg。15 これらの2つの化合物は通常の方法によつて分離することができる。

例 I

2-(2, 5-ジクロルフエニル)-3, 3-ジクロルプロパン-2-オール

20 -10℃に冷却しておいた160ccの臭化メチルマグネシウムのエーテル溶液(1.25モル/l)中に、51.6gの2', 5'-ジクロル-2, 2-ジクロルアセトフエノンを80ccのエチルエーテルに溶解した溶液を-10℃で約45分間で導入し、その反応混合物を20℃にゆつくりと戻し、次いでそれをこの温度で1時間かきまぜ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液を導入し、その有機相をデカンテーションにより分離し、それを塩化アンモニウム水溶液で洗浄し、乾燥し、減圧下に濃縮乾固させる。得られた粗生成物(30g)を高真空下に再蒸留し、18gの2-(2, 5-ジクロルフエニル)-3, 3-ジクロルプロパン-2-オールを得る。bp=94℃/0.2mmHg。

分析: C₉H₈Cl₄O=273.98

理論値: C%39.45 H%2.94 Cl51.76

実測値: 39.2 3.0 51.6

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 II

2-(p-クロルフエニル)-3, 3-ジクロルプロパン-2-オール

-10℃に冷却しておいた100ccの臭化メチルマグネシウムのエーテル溶液(2モル/l)中に、37.5gのp-クロル-2, 2-ジクロル

7

アセトフェノン (J. Chem. Soc. 203 (1949) に記載) を 120 cc のエチルエーテルに溶解した溶液を約 1 時間で導入し、次いでその反応混合物を通常温度に戻し、そして 20 時間かきまぜ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液を導入し、その有機相をデカンテーションより分離し、それを塩化アンモニウム水溶液で洗浄し、乾燥し、それを減圧下に濃縮乾固する。得られた粗生成物 (25 g) を真空中で再蒸留し、17.3 g の 2-(p-クロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールを得る。

bp = 93 °C / 0.2 mm Hg.

分析: $C_9H_9Cl_3O = 239.53$

理論値: C% 45.12 H% 3.79 Cl% 44.40

実測値: 45.6 3.9 44.40

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 II に記載した態様と類似の態様で 2-(p-ブロムフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール、2-(o-ブロムフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール及び 2-(2,4-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールを製造する。

知る限りでは、これらの 3 つの化合物は文献に記載されていない。

これらの化合物の製造に関する指針は以下に要約する。

p-ブロム-2,2-ジクロロアセトフェノンと o-ブロム-2,2-ジクロロアセトフェノンとの混合物 55 g から出発して、2-(p-ブロムフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールと 2-(o-ブロムフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールとの混合物 35 g を得る。bp = 97 °C / 0.2 mm Hg

分析: $C_9H_9BrCl_2O = 283.98$

理論値: C% 38.6 H% 3.19 Br% 28.14

Cl% 24.97

実測値: 38.1 3.2 28.0

24.5

この混合物は、通常の方法によつて 2 つの成分に分離することができる。同様に、p-ブロム-2,2-ジクロロアセトフェノン及び o-ブロム-2,2-ジクロロアセトフェノンから出発して前記 2 つの化合物を得ることができる。

8

30 g の 2',4'-ジクロル-2,2-ジクロルアセトフェノン (ベルギー国特許第 717,863 号に記載) から出発して 25.5 g の 2-(2,4-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールを得る。bp = 96 °C / 0.1 mm Hg

分析: $C_{10}H_7Cl_3O = 273.98$

理論値: C% 39.45 H% 2.94 Cl% 51.76

実測値: 39.3 3.0 52.0

例 III

3-(p-クロロフェニル)-4,4-ジクロル-1-ブチン-3-オール

550 cc の臭化エチルマグネシウムのテトラヒドロフラン溶液 (0.575 モル / 臭化エチルマグネシウムに相当: L. ゴバンにより

Annales de Chimie, 5, 535

(1960) No. 13 シリーズに記載の方法に従つて製造) 中に、アセチレンを吹き込みながら、33.5 g の p-クロル-2,2-ジクロルアセトフェノンを 35 cc のテトラヒドロフランに溶解した溶液を周囲温度で約 1 時間で導入し、30 分間アセチレンの吹き込みを続け、次いでその反応混合物を 16 時間かきまぜ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液を導入し、その有機相をデカンテーションにより分離し、それを塩化ナトリウム水溶液で洗浄し、乾燥し、減圧下に濃縮乾固させる。

得られた粗生成物 (39 g) はシリカゲル上を通過させてクロマト分離し、溶離用溶媒としてベンゼンを使用する。このようにして、19 g の 3-(p-クロロフェニル)-4,4-ジクロル-1-ブチン-3-オールを得る。

この化合物のサンプルを真空中で再蒸留する。

bp = 100 °C / 0.1 mm Hg

分析: $C_{10}H_7Cl_3O = 249.52$

理論値: C% 48.13 H% 2.82 Cl% 42.63

実測値: 48.0 2.9 42.3

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 III に記載の方法と類似の方法によつて、25 g の 2',5'-ジクロル-2,2-ジクロルアセトフェノンから出発して、17.5 g の 3-(2,5-ジクロロフェニル)-4,4-ジクロル-1-ブチン-3-オールを得る。mp = 57 °C (石油エーテル中で結晶化)。

分析: $C_{10}H_7Cl_3O = 283.97$

9

理論値: C%42.29 H%2.13 Cl%49.95

実測値: 2.1 2.2 50.2

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 IV

2-(p-クロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール・アセタート

89.6gの2-(p-クロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール、900ccの無水酢酸及び51gのp-トルエンスルホン酸の混合物を静かに16時間放置する。次いで、このようにして得られた混合物を水中に注ぎ、その有機相をデカンテーションし、それを水洗し、クロホルムに溶解し、乾燥し、溶媒を真空中で蒸発させる。その残留物をイソプロピルエーテル中で再結晶し、56gの2-(p-クロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール・アセタートを得る。mp=70℃

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例IVに記載の方法と類似の方法によつて、

40.5gの2-(2,5-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールから出発して、28gの2-(2,5-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール・アセ

タートを得る。mp=122℃。

分析: $C_{11}H_{10}Cl_4O_2 = 316.01$

理論値: C%41.81 H%3.20 Cl%44.88

実測値 41.7 3.3 45.1

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 V

2-(2,5-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール・トシラート

27gの2-(2,5-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールを300ccのテトラヒドロフランに溶解した溶液中に、5gの50%油中水系化ナトリウムを15分間で導入する。

次いで、その混合物を30分間還流させ、次いでその中へ19gのp-トルエンスルホン酸クロリドを導入する。さらに2時間還流を続け、次いで冷却し、エーテルで希釈し、水の上に注ぐ。その有機相をデカンテーションし、それを乾燥し、

10

溶媒を真空中で蒸発させる。その残留物を再蒸留し、30gの2-(2,5-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール・トシラートを得る。bp=78℃/0.5mmHg。

5 分析: $C_{16}H_4Cl_4O_2S = 428.16$

理論値: C%44.88 H%3.30 Cl%33.13 S%7.49

実測値 44.3 3.3 33.3 7.2

知る限りでは、この化合物は文献に記載されていない。

例 VI

2-(2-クロル-5-メチルフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール及び2-(2-メチル-5-クロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール

-10℃に冷却しておいた200ccのよう化メチルマグネシウムのエーテル溶液(1モル/l)中に、2-クロル-5-メチル-2,2-ジクロロアセトフェノン及び2-メチル-5-クロル-2,2-ジクロロアセトフェノンの混合物(フランス国特許第1,550,129号に記載の方法に従つて製造)35gを50ccのエチルエーテルに溶解した溶液を約45分間で導入し、次いでその反応混合物を通常温度に戻し、次いでそれを1時間かきまぜ、その中へ塩化アンモニウム飽和水溶液を導入し、その有機相をデカンテーションにより分離し、それを水洗し、乾燥し、減圧下に濃縮乾固させる。得られた粗生成物(40g)は真空中で再蒸留し、かくして2-(2-クロル-5-メチルフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールと2-(2-メチル-5-クロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールとの混合物22gを得る。bp=95℃/0.3mmHg。

分析: $C_{10}H_{11}Cl_2O = 253.56$

理論値: C%47.38 H%4.38 Cl%14.196

実測値: 47.6 4.4 41.7

この2つの異性体は通常の方法によつて分離することができる。

知る限りでは、これらの2つの化合物は文献に記載されていない。

同様に、2つの出発物質であるジクロロアセトフェノン異性体は通常の方法によつて分離することができ、またそれぞれに対して別個に上記のよ

11

うなアルキル化を行なうことができる。

例 VII

2-(3-ニトロ-4-クロルフエニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール
 -10℃に冷却した400ccの発煙硝酸中に、5
 45.7gの2-(p-クロルフエニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール・アセタート
 (例4に記載)を45ccの無水酢酸に溶解した溶
 液を約30分間をかきまぜながら導入し、次いで
 その反応混合物を周囲温度で放置し、そして3時
 間かきまぜる。次いで、氷の上に注ぎ、クロホル
 ムで溶解する。その有機相を水洗し、乾燥し、
 減圧下に濃縮乾固させる。

得られた粗生成物(40g)はシリカゲル上で
 クロマト分離し、ベンゼン/酢酸エチル混合物 15
 (9/1)で溶離する。かくして、24gの2-
 (3-ニトロ-4-クロルフエニル)-3,3-ジ
 クロロプロパン-2-オールを得る。

この化合物のサンプルを真空中で再蒸留する。

b.p = 158℃/0.4mm Hg.

分析: $C_{12}H_8Cl_2NO_2 = 284.53$

理論値: C% 37.99 H% 2.83 Cl% 37.39

N% 4.92

実測値	37.6	2.9	37.2
	4.8		

知る限りでは、この化合物は文献に記載されて
 いない。

先に示したように 化合物 I は除草性及び殺虫
 性を持っている。

化合物 I の除草活性は、大植物種族の代表的な 30
 植物に対する試験によつて立証することができる。

また、殺虫性については、しょうじょうばえ、
 油虫及びこくそう虫に対する試験によつて立証す
 ることができる。

これらの試験の詳細は次に示す。

12

例 1

除草性の研究

この試験は、次の植物、アグロステス
 (Agrostis)、オート麦、菊、亜麻、からし
 クローバー、ビート、小麦、とうもろこし及びす
 ずめのてつぼうに対して行なう。

a) 発芽前処理試験

播種は、下から給水するように二重底にしてあ
 る23cm×14cm×4cmの大きさのアルミニウム
 皿 10 皿 中で行なう。

5ね当り20個の種子を播布する。生成物及び
 植物当りそれを3回繰り返す。処理は、播種前に、
 1ヘクタールにつき10.5Kg及び2.5Kgの活性物
 質の薬量、そして560ℓ/haに相当する希釈
 15 量でローラーカバー上に噴霧することによつて行
 なう。次いで、土壌を掘り起こして生成物を表面
 から混入し、そして播種を行なう。

若木は、20℃±1℃及び55~65%の相対
 湿度で調節した部屋に入れて貯蔵し、照光は日光
 20 色及び輝白色のけい光灯によつて毎日6時から
 22時まで行なう。

測定は播種後21日間行なう。結果は、未処理
 対照例を考慮に入れて、若木の重量を測ること
 によつて、生長の減少パーセントで表わされる。

25 生長の減少パーセントは次の式によつて変わ
 る。

$$P = 100 \times \frac{\text{対照例若木の重量} - \text{処理若木の重量}}{\text{対照若木の重量}}$$

30 発芽前処理試験を2-(2,5-ジクロルフエ
 ニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール
 (例1の化合物)及び対照化合物アトラジン(2-
 クロル-4-エチルアミノ-6-イソプロピルア
 ミノ-1,3,5-トリアジン)について行なつ
 35 た。その結果を次表に要約する。

BEST AVAILABLE COPY

13

14

	化 合 物 A			ア ト ラ ジ ン		
植 物	薬 用 量 Kg/ha					
	5	2.5	1.25	5	2.5	1.25
アグロスチス	100	100	99	100	100	100
オ ー ト 麦	100	100	98	100	100	100
菊	100	100	100	100	100	100
亜 麻	100	100	100	100	100	100
か ら し	100	100	100	100	100	100
ク ロ ー バ ー	100	100	100	100	100	100
ビ ー ト	100	100	100	100	100	100
小 麦	100	100	100	63	67	62
とうもろこし	85	4	0	10	5	0
すずめのでつぼう	100	100	100	70	63	667

b) 発芽後処理試験

発芽後処理試験の条件は、発芽前処理試験に使用したものに類似する。

処理は播種後18~19日間行ない、測定は処理後11~12日間行なう。

20米 発芽処理試験を2-(2,5-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オール(例1の化合物)及び対照化合物リヌロン(N-(3,4-ジクロロフェニル)-N-メトキシ-N-メチル尿素)について行なった。

		化 合 物 A			リ ヌ ロ ン		
植 物	薬 用 量 Kg/ha						
	5	2.5	1.25	5	2.5	1.25	
オ ー ト 麦	80	47	2	100	100	100	
小 麦	57	35	13	76	69	52	
とうもろこし	44	7	5	49	48	42	
すずめのてつぼう	70	59	45	80	69	52	
ビ ー ト	100	87	78	100	100	100	
菊	100	100	85	100	100	100	
亜 麻	100	79	28	100	100	100	
か ら し	100	73	50	100	100	100	
ク ロ ー バ ー	73	50	50	100	100	100	

15

c) 結 論

化合物 I は、試験した全植物に対して顕著な発芽前処理及び発芽後処理除草活性を示す。

例 2¹

殺虫活性の研究

a) しょうじょうばえ (*Drosophila melanogaster*) に対する試験

この試験は蒸気相で活性を測定する。それは、同一直径の結晶皿に背部ペールによつて連結したベトリ箱内に昆虫を置くことからなり、前記箱に 10 は試験すべき化合物のアセトン溶液を付着させ、そして昆虫を入れる前にアセトンを蒸発させる。各濃度につき3回の試験を行ない、また濃度当り 25 匹 (48 時間以下の成虫) である。結果は、8 時間後、次いで 24 時間後の死亡率パーセント 15 (未処理対照例に関して) で表わされる。

例 1 の化合物、2-(2,5-ジクロロフェニル)-3,3-ジクロロプロパン-2-オールは 5 g/l のアセトン溶液で 100% の死亡率を与えた。 20

しょうじょうばえに対するこの試験は、化合物 I の極めて顕著な作用を確認させた。

b) 油虫 (*Blabera germanica*) に対する試験

この試験は微量接触法によつて行なう。体長基準に従つて選別した油虫の幼虫は、第2対と第3対の足の間にアセトン溶液の微少滴を受けるようする。処理後、試験昆虫は 20℃ で日陰に貯蔵する。防除は、処理後 24 時間、48 時間、そして 5 日間行なう。リンデンで対比試験を行なう。30

例 1 の化合物は 5 g/l のアセトン溶液で 100% の死亡率を与えた。

化合物 I は、すべての点から油虫に対して極めて有効であることが立証される。

c) こくそう虫 (*Sitophilus granarius*) に対する試験

この試験は制限された蒸気接触法の試験である。それは、ベトリ箱に昆虫を入れ、その箱の底は上に向け、そしてその底の内部表面はタルクで処理することからなる。生成物は、カバーの内部表面上にアセトン溶液として付着させる。アセトンを蒸発せしめ、25 匹の昆虫を入れる。1 時間後にその昆虫を未処理のびんに入れ、飼育する。結果は死亡率パーセントで表わされる。処理後 1 時間、

16

24 時間、そして 4 日間計数を行なう。

例 1 の化合物は 5 g/l のアセトン溶液で 100% 死亡率を与えた。

化合物 I はこくそう虫に対して良い効能を有する。

少くとも 1 種の化合物 I を活性物質として含有する除草性及び (又は) 殺虫性組成物は、一般に 10~80 重量%、好ましくは 10~50 重量% の活性物質を含有する。

噴霧用組成物の製造例

10 部の活性生成物と 90 部のタルクとを混合し、細かく粉碎する。このようにして得られた組成物は通常の噴霧装置によつて施用することができる。

乳剤の製造例

次の成分を液体均質乳剤が得られるまで緊密に混合する。

活性生成物	10 部
アトロックス 4851*	6.4 部
アトロックス 4855**	3.2 部
キシレン	80.4 部

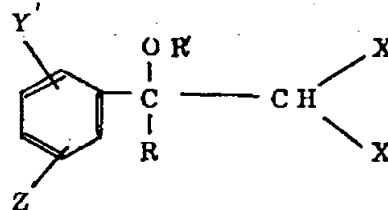
噴霧すべき組成物を得るためには、この乳剤を等量の水で混合する (水は使用される活性物質の重量の関数である)。

*アルキルアリールスルホン酸塩とポリオキシエチレン化トリグリセリドとの混合物。25℃ の粘度は 300~700 cpo

**アルキルアリールスルホン酸塩とポリオキシエチレン化トリグリセリドとの混合物。25℃ の粘度は 1500~1900 cp。

⑤ 特許請求の範囲

1 次の一般式



(この式で、R は低級アルキル基又は低級アルキニル基を表わし、

X は塩素原子を表わし、

Z は塩素原子及び臭素原子よりなる群から選択され、

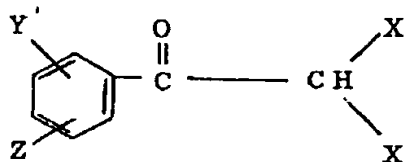
17

Y' は、水素原子、塩素原子、臭素原子、低級アルキル基及びニトロ基よりなる群から選択され、

R' は水素原子、低級アルキルカニボニル基及び非置換の又は低級アルキル基で置換されたフェニルスルホニル基よりなる群から選択される)

のハロゲン化合物の少なくとも1種を活性物質として含有する除草剤及び(又は)殺虫剤。

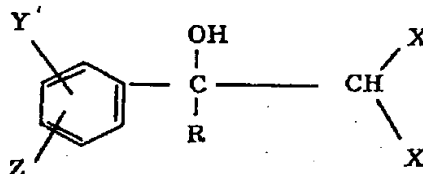
2 RMg ハロゲン化物(ここで R は前記の意味を有する)を次の式



(この式で、 X 、 Y' 及び Z は前記の意味を有する)

の置換 2, 2-ジハロゲノアセトフェノンに反応させて次の一般式

18



(この式で、 R 、 X 、 Y' 及び Z は前記の意味を有する。)

の 1-フェニル-1-R-2, 2-ジハロゲノエ
10 タノールを得、必要ならば、この化合物に、アルカリ性試剤によつてアルコール官能基のアルカリ金属アルコラートへの変換を行なつた後、ベンゼンスルホン酸ハロゲン化物、低級アルキルベンゼンスルホン酸ハロゲン化物、低級脂肪酸及びこの酸の官能性誘導体よりなる群から選択されるエステル化剤を作用させて対応するエステルを得ることを特徴とする除草剤及び(又は)殺虫剤の製造法。

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)